

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 3217751 A1**

⑤① Int. Cl. 3:  
**C 04 B 35/46**  
C 01 G 23/047

②① Aktenzeichen: P 32 17 751.8  
②② Anmeldetag: 12. 5. 82  
②③ Offenlegungstag: 17. 11. 83

DE 3217751 A1

⑦① Anmelder:  
Degussa AG, 6000 Frankfurt, DE

⑦② Erfinder:  
Ettliner, Manfred, Dr., 8757 Karlstein, DE; Ferch,  
Hort, Dr., 6454 Bruchköbel, DE; Koth, Detlev, Dr.,  
7889 Grenzach-Wyhlen, DE; Simon, Edgar, 6463  
Freigericht, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid, Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung

Es werden Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid unter Verwendung von sauer reagierenden organischen oder anorganischen Verbindungen hergestellt. Da der Zusatz von Bindehilfsmitteln wie Kieselsol, Kaolin etc. vermieden wird, erhält man Preßlinge mit einem Titandioxidgehalt von bis zu 99 Gew.%, mit einem zugänglichen Porenvolumen von 45-55% des Preßlingvolumens und einer Härte von mindestens 16 kp, die für den Einsatz als Katalysatorträger geeignet sind.  
(32 17 751)

DE 3217751 A1

1 D e g u s s a Aktiengesellschaft  
Weißfrauenstraße 9, 6000 Frankfurt am Main

5 Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid,  
Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung

10 Patentansprüche:

1. Preßlinge, bis zu 99 Gew.-% bestehend aus  
pyrogen hergestelltem Titandioxid, gegebenen-  
falls mit einem  $\text{SiO}_2$ -Gehalt von  $\leq 1$  Gew.-% und  
15 einem zugänglichen Porenvolumen von 45 - 55 %  
des Preßlingvolumens und einer Härte von min-  
destens 16 kp.
2. Verfahren zur Herstellung von Preßlingen aus  
20 pyrogen hergestelltem Titandioxid gemäß Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet, daß man das pyrogen her-  
gestellte Titandioxid vorlegt, dann intensiv mit  
einem Preßhilfsmittel vermischt und dieses Gemenge  
25 mit einer bei höherer Temperatur leicht flüchtigen  
und/oder zersetzbaren flüssigen anorganischen  
oder organischen Säure oder einem Gemisch dersel-  
ben und/oder der wässrigen Lösung einer in Wasser  
sauer reagierenden Verbindung vermischt und an-  
30 schließend durchsiebt, unter der Maßgabe, daß die  
Vermengung mit einem Preßhilfsmittel auch nach  
der Vermischung von Titandioxid und sauer reagie-  
render Verbindung erfolgen kann,  
das gesiebte Gemisch auf bekanntem Wege in ein  
35 fließfähiges Pulver überführt und durch Pressen  
formt, die erhaltenen Preßlinge langsam vor-  
trocknet und die vorgetrockneten Preßlinge bei  
Temperaturen von  $450^\circ - 700^\circ\text{C}$  tempert.

...

10.05.80

- 2 -

- 1 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet,  
daß man als Preßhilfsmittel 3 - 15 Gew.-% pulver-  
förmigen Graphit, bezogen auf die Gesamtmenge des  
Gemisches einsetzt.
- 5 4. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet,  
daß man die Säure zu 2 - 20 Gew.-% einsetzt,  
bezogen auf die Gesamtmenge des Gemisches.
- 10 5. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet,  
daß man die wässrige Lösung eines sauer hydroli-  
sierenden Metallsalzes einsetzt.
- 15 6. Verwendung von Preßlingen nach Anspruch 1, dadurch  
gekennzeichnet, daß man sie als Katalysatorträger  
oder Katalysatoren einsetzt.

20

25

30

35

...

1 D e g u s s a Aktiengesellschaft  
Weißfrauenstraße 9, 6000 Frankfurt am Main

5 Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid,  
Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung

10 Die Erfindung betrifft Preßlinge aus hochdispersem  
pyrogen hergestelltem Titandioxid, Verfahren zu  
ihrer Herstellung sowie deren Verwendung.

15 Pyrogenes Titandioxid wird durch Hochtemperatur-  
hydrolyse einer verdampfbaren Titanverbindung, in  
der Regel Titan-tetrachlorid, in einer Knallgasflamme  
hergestellt. Dieses Verfahren wird in der DE-PS  
870 242 (1953) beschrieben. Die entstehenden Pro-  
20 dukte haben überwiegend Anatasstruktur. Sie sind  
hydrophil, sehr rein und äußerst feinteilig. Die  
Primärteilchen (DIN 53206) zeigen in elektronen-  
mikroskopischen Aufnahmen Kugelform und Durchmesser  
von 10 - 100 nm. Ein im Handel befindliches Produkt  
hat eine mittlere Primärteilchengröße von 30 nm.  
Definierte Agglomerate (nach DIN 53206) existieren  
25 nicht, ihre Größe hängt von der Vorbehandlung bzw.  
Handhabung der Substanz ab. Die Oberfläche der Teil-  
chen ist glatt und porenfrei. Es besteht nur eine  
äußere, leicht zugängliche Oberfläche. Die spezifi-  
sche Oberfläche nach BET kann - je nach Produktions-  
30 bedingungen - zwischen 20 und 100 m<sup>2</sup>/g liegen. Das  
erwähnte Handelsprodukt weist eine spezifische  
Oberfläche von 50 ± 15 m<sup>2</sup>/g auf.

35 Aufgrund der hohen Reinheit, der hohen spezifischen  
Oberfläche und des Fehlens von Poren wurde pyrogen  
hergestelltes Titandioxid als Titandioxid-Komponente

...

- 1 oder als Trägermaterial in Katalysatorsystemen eingesetzt (V.Rieves-Arnau, G. Munuera, Appl. Surface Sci. 6 (1980) 122; N.K. Nag, T.Fransen, P.Mars, J. Cat. 68, 77 (1981); F.Solymosi, A.Erdöhelyi, M. Kocsis, 5 J. Chem. Soc. Faraday Trans 1, 77, 1003 (1981); D.G. Mustard, C.H. Bartholomew, J. Cat. 67, 186 (1981); M.A. Vannice, R.L. Garten, J. Cat. 63, 255 (1980), M.A. Vannice, R.L. Garten, J. Cat. 66, 242 (1980).
- 10 In den aufgeführten Literaturzitaten werden jedoch nur pulverförmige Katalysatorsysteme behandelt. Soll pyrogen hergestelltes Titandioxid im technischen Maßstab in Katalysatorsystemen verwendet werden, ist es zweckmäßig, das pulverförmige Produkt in einen 15 Formkörper unter weitgehender Erhaltung der spezifischen Oberfläche und deren leichter Zugänglichkeit zu überführen. Bisher bekannt ist die Herstellung von Formkörpern aus hergestellter feinteiliger Kieselsäure bzw. Aluminiumoxid unter Verwendung von Kieselsäuresol (Chem. Ing. Tech. 52 (1980) 628-634). 20 Die erhaltenen Formkörper sind jedoch mit einer Härte von nur 4,3 kp (Siliciumdioxid) bzw. 5,6 kp (Aluminiumoxid) für den Einsatz in Katalysatorschüttungen wenig geeignet.
- 25 Der wesentliche Nachteil des bekannten Verfahrens besteht darin, daß als Bindemittel in jedem Fall Kieselsäuresol eingesetzt werden muß. Das führt dazu, daß die Formkörper neben dem feinteiligen Metalloxid immer 30 auch in beträchtlichen Mengen Siliciumdioxid enthalten, das aus dem Bindemittel herrührt. Störend kann sich dieser Gehalt insbesondere dann auswirken, wenn als feinteiliges Metalloxid z.B. Aluminiumoxid eingesetzt wird, da aufgrund des erheblichen Anteils an Siliciumdioxid im Formkörper die katalytische Wirkung des 35 Aluminiumoxids dann nicht mehr unverfälscht zum Tragen kommt.
- ...

- 1 Aufgabe der Erfindung ist ein Preßling aus pyrogen  
hergestelltem Titandioxid, der unter weitgehender Er-  
haltung der spezifischen Oberfläche im Vergleich zum  
Ausgangsmaterial hergestellt werden kann, eine für die  
5 Verwendung in Katalysatorschüttungen ausreichende  
Härte aufweist und vor allem bis zu 99 Gew.-% aus  
 $\text{TiO}_2$  bestehen kann. Der Einsatz von ansonsten gebräuch-  
lichen Bindemitteln wie z.B. Kieselöl, Wasserglas-  
lösungen oder Kaolin soll bei der Herstellung vermieden  
10 werden, um nicht zwangsweise eventuell katalytisch  
wirksamen Fremdoxide in den Preßling einzubringen.

Gegenstand der Erfindung sind Preßlinge, die bis zu  
99 Gew.-% aus pyrogen hergestelltem Titandioxid  
15 bestehen und gegebenenfalls einen  $\text{SiO}_2$ -Gehalt von  $\leq$   
1 Gew.-% besitzen, mit einem zugänglichen Porenvolumen  
von 45 - 55 % des Preßlingvolumens und einer Härte  
von mindestens 16 kp.

- 20 Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren  
zur Herstellung von Preßlingen aus pyrogen hergestelltem  
Titandioxid gemäß Anspruch 1, das dadurch gekennzeichnet  
ist, daß man das pyrogen hergestellte Titandioxid  
vorlegt, dann intensiv mit einem Preßhilfsmittel ver-  
25 mengt und dieses Gemenge mit einer bei höherer Temperatur  
leicht flüchtigen und/oder zusetzbaren flüssigen anorga-  
nischen oder organischen Säure oder einem Gemisch der-  
selben und/oder der wässrigen Lösung einer in Wasser  
sauer reagierenden Verbindung vermischt und anschließend  
30 durchsiebt, unter der Maßgabe, daß die Vermengung mit  
einem Preßhilfsmittel auch nach der Vermischung von  
Titandioxid und sauer reagierender Verbindung erfolgen  
kann,  
das gesiebte Gemisch auf bekanntem Wege in ein fließ-  
35 fähiges Pulver überführt und durch Pressen formt, die

...

- 1 erhaltenen Preßlinge langsam vortrocknet und die vortrockneten Preßlinge bei Temperaturen von 450° - 700°C tempert.
- 5 Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens sind prinzipiell alle Mischer oder Mühlen geeignet, die eine gute Homogenisierung ermöglichen, wie z.B. Schaufel-, Wirbelschicht-, Kreisel- oder Luftstrommischer. Besonders geeignet sind Mischer, mit denen
- 10 eine zusätzliche Verdichtung des Mischgutes möglich ist, z.B. Pflugscharmischer, Kollergänge, Kugelmühlen oder Schwingmühlen.
- Die flüssigen Komponenten können dabei auf das in den
- 15 genannten Geräten vorgelegte Oxid aufgesprüht oder in sonst geeigneter Form eindosiert werden.
- Als Preßhilfsmittel werden multifunktionelle Alkohole eingesetzt, davon bevorzugt Äthandiol, Glycerin, Erythrite, Pentite, Hexite, wie z.B. Sorbit.
- 20 In einer bevorzugten Ausführungsform wird pulverförmiger Graphit in einer Menge von 2 - 15 Gew.-%, bevorzugt von 3 - 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der Mischung, als Preßhilfsmittel mit dem vorge-
- 25 legten Titandioxid vermennt.
- Als Säuren besonders geeignet sind flüssige organische Säuren wie z.B. Ameisen-, Essig-, Chloressig-, Propion- oder Buttersäure bzw. ein Gemisch derselben.
- 30 Bevorzugt eingesetzt werden vor allem auch die wasserlöslichen organischen Säuren wie z.B. Malon-, Oxal-, Citronen-, Isocitronen-, Äpfel-, Wein- oder Glykolsäure bzw. ein Gemisch derselben. Außer diesen Säuren, deren Acidität durch Carboxylgruppen verursacht wird, sind
- 35 auch organische Säuren besonders geeignet, die anor-

...

- 1) organische saure Gruppen enthalten wie z.B. Paratoluol-sulfonsäure. Flüssige anorganische Säuren wie z.B. Salzsäure oder Salpetersäure eignen sich ebenfalls. Besonders geeignet sind Säuremengen von 2 - 20 Gew.-%, 5 bevorzugt 3 - 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgemenge. Dabei reichen bei der Anwendung von stärkeren Säuren kleinere Mengen aus als bei der Anwendung von schwächeren Säuren.
- 10 Es ist jedoch nicht notwendig, eine freie Säure einzusetzen. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung kann die wässrige Lösung von hydrolisierenden, saure Lösungen bildenden Metallsalzen verwendet werden. Diese Variante erweist sich dann als besonders wertvoll, 15 wenn die Imprägnierung des Preßlings z.B. mit einem katalytisch aktiven Metall(oxid) vorgesehen ist. Beim erfindungsgemäßen Verfahren erhält man durch Verwendung einer sauer hydrolysierenden Verbindung dieses Metalls als Produkt einen mit Metalloxid imprägnierten 20 Preßling. Das Metalloxid kann anschließend gegebenenfalls auch zum Metall reduziert werden. Bevorzugt eingesetzt werden sauer hydrolisierende Verbindungen von Übergangsmetallen.
- 25 Die Konzentrationen dieser Verbindungen in der Mischung sind so zu wählen, daß sie dem gewünschten Gehalt an katalytisch aktivem Metall(oxid) im Preßling entsprechen.
- 30 Sollte die gewünschte Konzentration sehr gering sein, kann zusätzlich eine der erfindungsgemäß verwendbaren Säuren zugesetzt werden, um Preßlinge mit ausreichender Festigkeit herzustellen.
- 35 Gemäß Erfindung ist auch die Dotierung der Preßlinge mit Nichtmetalloxiden möglich wie z.B. Phosphoroxid.

...



12.05.82

- 8 -

1 Zu diesem Zweck wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren als Säure Phosphorsäure eingesetzt.  
Nach dem Mischprozeß wird das gesiebte, pulverförmige Gemisch bei Temperaturen bis  $120^{\circ}\text{C}$ , bevorzugt zwischen  
5 80 und  $120^{\circ}\text{C}$  gegebenenfalls teilweise getrocknet, bis man ein fließfähiges Pulver erhält. Als fließfähig bezeichnet man dabei ein Pulver, das selbstständig beispielsweise aus dem Einfüllstutzen der Preßvorrichtung in die Preßmatrize fließt und diese homogen füllt.

10

In einer bevorzugten Ausführungsform kann man nach dem Mischprozeß 0,1 - 3 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgemisch, einer pyrogen hergestellten, hydrophobierten Kieselsäure, wie z.B. Aerosil R 972 zusetzen, die zu  
15 85 Gew.-% Wasser in adsorbierter Form enthält.

In diesem Fall erhält man, ohne daß eine teilweise Trocknung notwendig wäre, ein freifließendes Pulver, das anschließend verpreßt werden kann.

20

Dieser Weg der Überführung in ein fließfähiges Pulver kann natürlich nur dann gewählt werden, wenn die so eingeführten geringen  $\text{SiO}_2$ -Mengen bei der weiteren Verwendung des Preßlings nicht stören.

25 Das Verpressen kann man mit jeder Vorrichtung durchführen, die einen Stempeldruck von 0,5 bis  $2\text{t}/\text{cm}^2$  erreicht. Bevorzugt wendet man einen Bereich von 1 -  $2\text{t}/\text{cm}^2$  an. Die erhaltenen Preßlinge werden anschließend bei Temperaturen von 20 bis  $100^{\circ}\text{C}$ , bevorzugt von  $20^{\circ}\text{C}$  bis  $50^{\circ}\text{C}$ , vorgetrocknet.

30

Die vorgetrockneten Preßlinge können anschließend bei einer Temperatur von 450 bis  $700^{\circ}\text{C}$ , vorzugsweise von 500 bis  $600^{\circ}\text{C}$  getempert werden.

35

...

- 1 Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erzeugten Produkte sind als Katalysatorträger bzw. Katalysatoren geeignet.
- 5 45 - 55 % des Preßlingvolumens bestehen aus zugänglichen Hohlräumen. Das bedeutet, daß die Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Titandioxid, die im Mittel ein Volumen von  $0,38 \text{ cm}^3$  besitzen, ein zugängliches Porenvolumen von  $0,17 - 0,21 \text{ cm}^3/\text{Preßling}$  aufweisen.
- 10 Das Schüttgewicht beträgt etwa  $1200 \text{ g/l}$ . Das erfindungsgemäße Verfahren weist den Vorteil auf, daß die hergestellten Preßlinge eine Bruchfestigkeit von mindestens  $16 \text{ kp}$  besitzen und so z.B. in Katalysatorschüttungen gegen mechanischen Beanspruchung
- 15 widerstandsfähig sind. Zugleich besitzen die Preßlinge eine hohe Oberfläche, die nur in begrenztem Umfang den Oberflächenwert des Ausgangsoxides unterschreitet.
- 20 Aufgrund des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es weiterhin möglich, ohne Verwendung von  $\text{SiO}_2$ -haltigen Bindemitteln aus pyrogen hergestelltem Titandioxid Preßlinge zu gewinnen.
- 25 Es können also auf der einen Seite  $\text{TiO}_2$ -Preßlinge hergestellt werden, deren  $\text{TiO}_2$ -Gehalt allein durch die Reinheit des eingesetzten  $\text{TiO}_2$  bestimmt wird, da die bevorzugt eingesetzten organischen Säuren wie z.B. Essigsäure oder Citronensäure und das Preßhilfsmittel Graphit nach der vorgeschriebenen Temperatur-
- 30 behandlung des Preßlings verdampft bzw. oxidiert oder zersetzt sind.
- Auf der anderen Seite kann aber durch die gezielte Auswahl von sauer hydrolisierenden Metallsalzen ein
- 35  $\text{TiO}_2$ -Trägerkatalysator mit einem bestimmten Metalloxid- bzw. nach der eventuellen Reduktion Metallgehalt hergestellt werden.

...

1 Die folgenden Beispiele dienen zur näheren Erläuterung der vorliegenden Erfindung.

Die Bruchfestigkeit wird mit einem Bruchfestigkeitstester des Typs ZE/205 der Fa. Dr.K.Schlenninger & Co.

5 gemessen.

Das Porenvolumen der Preßlinge wird auf einfache Weise so bestimmt, daß man die Preßlinge in einem Glas bei Zimmertemperatur so lange Wasser aufnehmen läßt, bis keine Luftblasen mehr aufsteigen. Anschließend werden  
10 die Preßlinge aus dem Wasser genommen, an der Oberfläche mit einem Papier abgetrocknet und gewogen. Aus der Differenz zwischen dem Gewicht vor und nach der Wasserabsorption ergibt sich die Menge des absorbierten Wassers und damit das Porenvolumen der Preßlinge, das  
15 jeweils in Prozenten des Preßlingvolumens von  $0,38 \text{ cm}^3$  in den Beispielen aufgeführt wird.

Die Messung der spezifischen Oberflächen der Preßlinge erfolgt nach der BET-Methode (DIN 66 131) (J.Am.Chem.  
20 Soc. 60 (1938)309).

25

30

35

...

1 Beispiel 1

50 g Titandioxid (Spez. Oberfläche:  $48 \text{ m}^2/\text{g}$ , Stampfdichte  $150 \text{ g/l}$ ) werden mit 2,5 g Pudergraphit in einem Schlagkreuzmischer homogenisiert. Das Gemenge gibt man in eine Retsch-Mühle (Kollergang) und gießt eine Lösung von 2,5 g Citronensäure in 5 g Wasser unter Mahlen hinzu. Das Gemisch wird durch ein Sieb von 1,5 mm Maschenweite gerieben und ca. 1 Stunde im Trockenschrank bei  $120^\circ\text{C}$  getrocknet.

10 Das nach dieser Behandlung gut fließende Pulver verpreßt man mit einem Pressdruck von ca.  $1,5 \text{ t/cm}^2$ . Die Preßlinge werden ca. 24 Stunden bei Raumtemperatur vorgetrocknet und danach 30 Minuten bei  $550^\circ\text{C}$  getempert.

15

Bruchfestigkeit:	17 kp
Spez. Oberfläche	$44 \text{ m}^2/\text{g}$
Porenvolumen:	47,3 %
Porenvolumen/g:	$0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$

20

Beispiel 2

Wie Beispiel 1, nur mit 10 g Oxalsäure in 10 g Wasser

25

Bruchfestigkeit:	20 kp
Spez. Oberfläche	$45 \text{ m}^2/\text{g}$
Porenvolumen	45 %
Porenvolumen/g	$0,27 \text{ cm}^3/\text{g}$

30

Beispiel 3

Wie Beispiel 1, nur mit 4g Malonsäure in 2g warmem Wasser und Trocknung bei  $100^\circ\text{C}$

35

...

1	Bruchfestigkeit:	18 kp
	Spez. Oberfläche:	45 m <sup>2</sup> /g
	Porenvolumen	50 %
5	Porenvolumen/g	0,35 cm <sup>3</sup> /g

#### Beispiel 4

Wie Beispiel 1, nur mit 4 g Eisessig

10	Bruchfestigkeit:	16 kp
	Spez. Oberfläche:	44 m <sup>2</sup> /g
	Porenvolumen:	50 %
15	Porenvolumen/g:	0,37 cm <sup>3</sup> /g

#### Beispiel 5

Wie Beispiel 1 nur 4 g Toluolsulfonsäure in 2 g Wasser und Trocknung von 30 Minuten bei 65°C. Die Tabletten zeigen folgende Werte:

	Mittlere Bruchfestigkeit:	19 kp
	Spez. Oberfläche:	30 m <sup>2</sup> /g
	Porenvolumen:	47,3 % des Preß- lingvolumens
25	Porenvolumen/g:	0,36 cm <sup>3</sup> /g

#### Beispiel 6

30 Wie Beispiel 1 nur wird ein pyrogenes Titandioxid mit 68 m<sup>2</sup>/g spez. Oberfläche eingesetzt. Die Tabletten zeigen folgende Werte:

	Mittlere Bruchfestigkeit:	16 kp
35	Spez. Oberfläche:	61 m <sup>2</sup> /g
	Porenvolumen:	52,6 % des Preß- lingvolumens
	Porenvolumen/g:	0,43 cm <sup>3</sup> /g

...

1000

- 13 -

Beispiel 7

- 50 g Titandioxid (Spez. Oberfläche:  $48 \text{ mg}^2/\text{g}$ ) werden mit 2,5 g Zitronensäure in 5 g Wasser langsam in einer Retschmühle versetzt. Dann gibt man 2,5 g Glycerin hinzu und mahlt. Danach wird das Gemisch durch ein Sieb mit 1,5 mm Maschenweite gerieben und 1 Stunde im Trockenschrank bei  $120^\circ\text{C}$  getrocknet. Anschließend werden 2,5 g "trockenes Wasser" (pulverförmiges Gemisch aus 85 % Wasser und 15 % pyrogener, hydrophober Kieselsäure) im Schüttelmischer zugemischt und das entstandene, gut fließfähige Pulver mit einem Preßdruck von  $1 \text{ t/cm}^2$  verpreßt. Die Preßlinge werden nach 24 Stunden Lagerung bei Raumtemperatur 30 min bei  $550^\circ\text{C}$  geglüht.

15

Mittlere Bruchfestigkeit:	18 kp
Mittlere Spez. Oberfläche:	$42 \text{ m}^2/\text{g}$
Porenvolumen:	47,3 % des Preßlingvolumens
Porenvolumen/g:	$0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$

20

Beispiel 8

Wie Beispiel 7, nur mit 7,5 g 20%iger Salpetersäure,

25

Mittlere Bruchfestigkeit:	19 kp
Mittlere Spez. Oberfläche:	$46 \text{ m}^2/\text{g}$
Porenvolumen:	47,3 % des Preßlingvolumens
Porenvolumen/g:	$0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$

30

Beispiel 9

Wie Beispiel 7, nur mit 9 g 40%iger Phosphorsäure

- 35 Phosphoroxidgehalt ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ) 7,1 %

...

1	Mittlere Bruchfestigkeit:	> 20 kp
	Mittlere Spez. Oberfläche:	48 m <sup>2</sup> /g
	Porenvolumen:	45 % des Preßling- volumens
5	Porenvolumen/g:	0,29 cm <sup>3</sup> /g

#### Beispiel 10

Wie Beispiel 7 nur mit 2,5 g Zirkonoxichlorid in  
 10 5 g Wasser suspendiert.  
 Zirkonoxidgehalt 1,7 g

	Mittlere Bruchfestigkeit:	17 kp
	Mittlere Spez. Oberfläche:	48 m <sup>2</sup> /g
15	Porenvolumen:	47,3 % des Preß- lingvolumens
	Porenvolumen/g:	0,3 cm <sup>3</sup> /g

#### Beispiel 11

20 50 g Titandioxid (Spez. Oberfläche 48 m<sup>2</sup>/g, Stampf-  
 dichte 150 g/l) werden in der Retsch-Mühle (Koller-  
 gang) mit einer Lösung von 6 g Nickel(II)chlorid-  
 Hexahydrat und 2,5 g Glycerin in 10 g Wasser unter  
 25 Mahlen versetzt. Das Gemisch wird durch ein Sieb mit  
 1 mm Maschenweite gerieben und anschließend in einem  
 Taumelmischer mit 1,5 g eines Pulvers aus 83 Gew.Teilen  
 Wasser und 17 Gew.Teilenhydrophober, pyrogener  
 Kieselsäure vereinigt.  
 30 Das nach dieser Behandlung freifließende Pulver wird  
 mit einem Druck von 1 t/cm<sup>2</sup> verpresst. Die entstan-  
 denen Preßlinge werden 2 Stunden bei 80°C getrocknet  
 und danach 1 Stunde bei 500°C getempert.  
 Die Bruchfestigkeiten liegen im Mittel über 20 kp. Die  
 35 spezifische Oberfläche beträgt 43 m<sup>2</sup>/g.  
 Der Nickeloxidgehalt beläuft sich auf 1,8 g